

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

09/04116

PCT/JP 00/00714

日 本 国 特 許
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

0-9.02.00	
REC'D 31 MARS 2000	
WIPO	PCT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

EKV

出 願 年 月 日
Date of Application:

1 9 9 9 年 2 月 2 4 日

出 願 番 号
Application Number:

平成 1 1 年 特 許 願 第 0 4 7 0 2 2 号

出 願 人
Applicant (s):

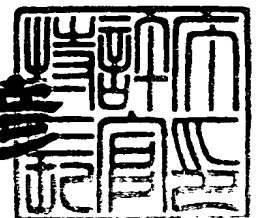
日 本 電 気 硝 子 株 式 有 限 公 司

PRIORITY
DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2 0 0 0 年 3 月 1 7 日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Patent Office

近 藤 隆 彦



出 証 番 号 出 証 特 2 0 0 0 - 3 0 1 6 2 0 8

【書類名】 特許願

【整理番号】 99P016

【提出日】 平成11年 2月24日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 G02B 6/00

【発明者】

 【住所又は居所】 滋賀県大津市晴嵐 2 丁目 7 番 1 号 日本電気硝子株式会社
社内

 【氏名】 俣野 高宏

【発明者】

 【住所又は居所】 滋賀県大津市晴嵐 2 丁目 7 番 1 号 日本電気硝子株式会社
社内

 【氏名】 坂本 明彦

【特許出願人】

 【識別番号】 000232243

 【氏名又は名称】 日本電気硝子株式会社

 【代表者】 森 哲次

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 010559

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 図面 1

 【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 温度補償用部材及びそれを用いた光通信デバイス

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 結晶粉末の焼結体からなり、内部に熱膨張係数に異方性を示す結晶を含み、負の熱膨張係数を有することを特徴とする温度補償用部材。

【請求項 2】 結晶粉末が、珪酸塩、リン酸塩、チタン酸塩及び La、Nd、V、Ta の酸化物の群から選択された 1 種又は 2 種以上の粉末であることを特徴とする請求項 1 記載の温度補償用部材。

【請求項 3】 結晶粉末が、固相法によって作製された β -ユークリプタイト結晶の粉末であることを特徴とする請求項 1 記載の温度補償用部材。

【請求項 4】 結晶粉末の平均粒径が、 $50\ \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする請求項 1 記載の温度補償用部材。

【請求項 5】 熱膨張係数が、 $-40\sim 100^{\circ}\text{C}$ の温度範囲において、 $-10\sim -120\times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ であることを特徴とする請求項 1 記載の温度補償用部材。

【請求項 6】 所定箇所に溝又は貫通孔が形成されてなることを特徴とする請求項 1 記載の温度補償用部材。

【請求項 7】 結晶粉末の焼結体からなり、内部に熱膨張係数に異方性を示す結晶を含み、負の熱膨張係数を有する温度補償用部材を用いてなることを特徴とする光通信デバイス。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】

本発明は、負の熱膨張係数を有する温度補償用部材と、それを用いた光通信デバイスに関するものである。

【0002】

【従来の技術】

光通信技術の進歩に伴い、光ファイバを用いたネットワークが急速に整備され

つつある。ネットワークの中では、複数の波長の光を一括して伝送する波長多重技術が用いられるようになり、波長フィルタやカプラ、導波路等が重要なデバイスになりつつある。

【 0 0 0 3 】

この種のデバイスの中には、温度によって特性が変化し、屋外での使用に支障を来すものがあるため、このようなデバイスの特性を温度変化によらずに一定に保つ技術、いわゆる温度補償技術が必要とされている。

【 0 0 0 4 】

温度補償を必要とする光通信デバイスの代表的なものとして、ファイバブラッググレーティング（以下、FBGという）がある。FBGは、光ファイバのコア内に格子状に屈折率変化を持たせた部分、いわゆるグレーティングを形成したデバイスであり、下記の数 1 に示した関係に従って、特定の波長の光を反射する特徴を有している。このため、波長の異なる光信号が 1 本の光ファイバを介して多重伝送される波長分割多重伝送方式の光通信システムにおける重要な光デバイスとして注目を浴びている。

【 0 0 0 5 】

【数 1】

$$\lambda = 2n\Lambda$$

【 0 0 0 6 】

ここで、 λ は反射波長、 n はコアの実効屈折率、 Λ は格子状に屈折率に変化を設けた部分の格子間隔を表す。

【 0 0 0 7 】

しかしながら、このような FBG は、その周囲温度が変化すると反射波長が変動するという問題がある。反射波長の温度依存性は数 1 を温度 T で微分して得られる下記の数 2 で示される。

【 0 0 0 8 】

【数 2】

$$\begin{aligned}\partial \lambda / \partial T &= 2 \{ (\partial n / \partial T) \Lambda + n (\partial \Lambda / \partial T) \} \\ &= 2 \Lambda \{ (\partial n / \partial T) + n (\partial \Lambda / \partial T) / \Lambda \}\end{aligned}$$

【0009】

この数2の右辺第2項の $(\partial \Lambda / \partial T) / \Lambda$ は光ファイバの熱膨張係数に相当し、その値はおよそ $0.6 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ である。一方、右辺第1項は光ファイバのコア部分の屈折率の温度依存性であり、その値はおよそ $7.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ である。つまり、反射波長の温度依存性はコア部分の屈折率変化と熱膨張による格子間隔の変化の双方に依存するが、大部分は屈折率の温度変化に起因していることが分かる。

【0010】

このような反射波長の変動を防止するための手段として、温度変化に応じた張力をFBGに印加し格子間隔を変化させることによって、屈折率変化に起因する成分を相殺する方法が知られている。

【0011】

この方法の具体的例としては、例えば熱膨張係数の小さい合金や石英ガラス等の材料と熱膨張係数の大きなアルミニウム等の金属とを組み合わせた温度補償用部材にFBGを固定する方法が提案されている。すなわち、図2に示すように、熱膨張係数の小さいインバー（商標）棒10の両端にそれぞれ熱膨張係数の比較的大きいA1ブラケット11a、11bを取り付け、これらのブラケット11a、11bに、留め金12a、12bを用いて光ファイバ13を所定の張力で引っ張った状態で固定するようにしている。この時、光ファイバ13のグレーティング部分13aが2つの留め金12a、12bの間にくるようにする。

【0012】

この状態で周囲温度が上昇すると、A1ブラケット11a、11bが伸張し、2つの留め金12a、12b間の距離が短縮するため、光ファイバ13のグレーティング部分13aに印加されている張力が減少する。一方、周囲温度が低下するとA1ブラケット11a、11bが収縮し、2つの留め金12a、12b間の

距離が増加するため、光ファイバ 1 3 のグレーティング部分 1 3 a に印加されている張力が増加する。この様に、温度変化によって F B G にかかる張力を変化させることによってグレーティング部の格子間隔を調節することができ、これによって反射中心波長の温度依存性を相殺することができる。

【 0 0 1 3 】

しかしながら、このような温度補償装置は、機構的に複雑になり、その取り扱いが難しいという問題がある。

【 0 0 1 4 】

そこで上記の問題を解消する方法として、W O 9 7 / 2 8 4 8 0 には、図 3 に示すように、予め板状に成形した原ガラス体を熱処理することによって結晶化し、負の熱膨張係数を有するガラスセラミック基板 1 4 に、F B G 1 5 を固定することによって F B G 1 5 の張力をコントロールする方法が示されている。尚、図 3 中、1 6 はグレーティング部分、1 7 は接着固定部、1 8 は錘を示している。

【 0 0 1 5 】

【発明が解決しようとする課題】

W O 9 7 / 2 8 4 8 0 に開示の方法は、単一部材で温度補償が行えるため、機構的に簡単であり、取り扱いが容易であるという利点はあるが、使用するガラスセラミックの失透性が強いため得られる形状としては、板状のような単純な形状に限定され、複雑な形状の部材は製造できないという問題がある。

【 0 0 1 6 】

また、上記以外にも、特開平 1 0 - 9 6 8 2 7 号公報には、Z r - タングステン酸塩系、または H f - タングステン酸塩系からなる負の熱膨張係数を有する温度補償用部材が開示されているが、これらの原料は非常に高価であり、工業製品としての実用化は困難である。

【 0 0 1 7 】

本発明は、上記事情に鑑みなされたものであり、負の熱膨張係数を有し、複雑な形状でも成形可能であり、安価に製造可能な温度補償用部材と、それを用いた光通信デバイスを提供することを目的とする。

【 0 0 1 8 】

【課題を解決するための手段】

本発明者は、上記目的を達成すべく種々の実験を行った結果、多数の結晶粒子を焼結させ、その焼結体の内部に熱膨張係数に異方性を示す結晶を含有させることによって、負の熱膨張係数を有し、複雑な形状に成形可能な温度補償用部材を安価に製造することができることを見だし、本発明を提案するに至った。

【0019】

すなわち本発明の温度補償用部材は、結晶粉末の焼結体からなり、内部に熱膨張係数に異方性を示す結晶を含み、負の熱膨張係数を有することを特徴とする。

【0020】

また本発明の光通信デバイスは、結晶粉末の焼結体からなり、内部に熱膨張係数に異方性を示す結晶を含み、負の熱膨張係数を有する温度補償用部材を用いることを特徴とする。

【0021】

【発明の実施の形態】

本発明の温度補償用部材は、多数の結晶粉末を集積させてから、焼結することによって作製されるため、複雑な形状であっても、プレス成形、キャスト成形、押し出し成形等の方法によって容易に、低コストで成形することが可能である。

【0022】

すなわち前記したW O 97/28480のように、ガラス原料を溶融、成形後、熱処理によって結晶化させることで負の熱膨張係数を有する結晶化ガラスを得る方法では、ガラス融液の失透性がきわめて強く複雑な形状に成形することは不可能である。つまり、得られる結晶化ガラスが温度補償に十分な負の熱膨張係数を有するためには、その結晶化度が100%に近く、かつ析出結晶の組成が純粋な結晶のそれに近いことが必要であるため、原ガラスの組成は必然的に結晶組成に極めて類似したものにならざるを得ない。そのような原ガラス融液は極めて失透性が強く、ノズルからの射出、キャスト、ロールアウト、冷却等の一連の成形プロセスのあらゆる場面で粗大な結晶が析出して製品の特性を大幅に劣化させるため、複雑な形状の製品は勿論、工業的歩留まりでの生産はほとんど不可能に近い。これに対して、本発明の温度補償用部材は、ガラスを溶融する必要が無く既

存の方法で製造された結晶粉末を焼結させるだけで製造できるため、上記のような問題を一切含まない。

【0023】

また本発明の温度補償用部材は、内部に熱膨張係数に異方性を示す結晶を含んでなるため、焼結過程で成長した結晶粒子の冷却中に結晶粒界に多数のマイクロクラックが発生し、全体として負の熱膨張係数、具体的には、 $-40 \sim 100^{\circ}\text{C}$ の温度範囲において、 $-10 \sim -120 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ （好ましくは $-30 \sim -90 \times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ ）の熱膨張係数が得られる。

【0024】

本発明では、異方性の熱膨張係数を有する各結晶粉末粒子が、熱処理中にそれぞれの結晶軸方向の熱膨張係数に従って様々な方向に膨張又は収縮し、各粉末粒子が互いに再配列されて充填密度が高くなり、各粒子同士の接触面積が増加する。このことは熱処理中に粉末粒子が互いに融着しあって表面エネルギーを最小にしようとする傾向を促進させ、その結果、高い強度、具体的には、 10MPa 以上の曲げ強度を有するセラミック部材が得られるようになる。また本発明においては粉末粒子同士の接触面積を大きくするため、結晶粉末の粒径は $50\mu\text{m}$ 以下であることが望ましい。

【0025】

尚、熱膨張係数に異方性を示す結晶粉末とは、少なくとも一つの結晶軸方向の熱膨張係数が負であり、他の軸方向には正であるような結晶のことを指し、代表的な例として、 β -ユークリプタイトに代表される珪酸塩、 PbTiO_3 等のチタン酸塩又は $\text{NbZr}(\text{PO}_4)_3$ 等のリン酸塩等及び La 、 Nb 、 V 、 Ta 等の酸化物の粉末が使用可能であるが、その中でも、特に β -ユークリプタイト結晶粉末は、熱膨張係数の異方性が大きいため適しており、さらに原料粉末を混合して焼成するいわゆる固相法によって作製された β -ユークリプタイト結晶粉末は、原料を一旦溶融する溶融法によって作製されたものに比べ、低温で合成でき粉砕も容易であるため安価に製造でき好適である。

【0026】

また本発明においては、上記の結晶粉末に対し、その他のセラミックス粉末、

非晶質ガラス粉末、結晶析出性ガラス粉末、部分結晶化ガラス粉末、ゾルーゲル法により作製したガラス粉末、ソル及びゲルといった添加剤の1種又は2種以上を、0.1～50体積%の割合で添加してから焼結させることによって、曲げ強度をより向上させることが可能である。因みに結晶析出性ガラス粉末とは、熱処理することによって内部に結晶を析出する性質を有するガラス粉末のことであり、また部分結晶化ガラス粉末とは、ガラス中に結晶を析出した結晶化ガラス粉末のことである。

【0027】

本発明の温度補償用部材は、多数の結晶粒子を集積してから焼結させて作製するため、プレス成形法、キャスト成形法、押し出し成形法等により、複雑な形状の焼結体を容易に作成することが可能であり、例えば焼結体の所定箇所に溝や貫通孔を容易に形成することができ、このことは光通信デバイスを作製する上で大きな利点となる。

【0028】

例えば前記したFBGは、温度補償用部材に接着剤（例えばガラスフリットやエポキシ系の樹脂）を用いて接着固定されるが、温度補償用部材の所定箇所に溝や貫通孔が形成されていると、接着加工の際、組み立ての自動化が容易になるため、製造コストが安価になる。尚、溝や貫通孔は、1ヶ所に限定されず、複数箇所に形成しても良い。

【0029】

また一般にFBG等のファイバ状のデバイスを温度補償用部材に固定するにあたっては、温度補償用部材が固定時の長さより収縮する際にデバイスがたわまないよう、予めデバイスに張力を付与することが必要であるが、上記の溝や貫通孔の直径をデバイスの直径に近づけることにより、使用する接着剤の量を少なくし、薄い接着剤層での固定が可能となる。接着剤層が薄くなれば、接着剤とデバイス、温度補償用部材との間の熱膨張差による応力が低減されるため、溝や貫通孔の全長に亘って接着固定することが可能となり、温度補償用部材が固定時の長さより収縮する場合でもデバイスがたわむことがなく、予め張力を付与する必要がなくなりより簡便な工程で温度補償機能付き光学デバイスを製造することができ

る。特に温度補償用部材に精密な貫通孔を形成し、その中にデバイスが挿入される場合には、温度補償用部材がデバイスの位置決め部品としての機能を併せ持つことにもなり、温度補償用機能付きデバイスを光ファイバや他のデバイスと接続する際に、それ自身が接続部品としても機能することになる。

【0030】

【実施例】

以下、本発明の温度補償用部材を実施例に基づいて詳細に説明する。

【0031】

(実施例1)

まずβ-ユークリプタイトの結晶を粉碎することによって、平均粒径が10μm以下の結晶粉末を得た。その後、この結晶粉末を金型に入れ20MPaの圧力でプレス成形することによって、図1に示すような、幅4mm、厚み3mm、長さ40mmの角柱形状で、長手方向の上面中央に亘って、幅1mm、深さ1mmの溝が形成された成形体（圧粉体）を作製した。

【0032】

次いで、この成形体を空気中で1300℃、2時間の条件で熱処理し、焼結後室温に冷却させることによって、結晶粒界に多数のマイクロクラックが形成されたβ-ユークリプタイトから成るセラミック焼結体を作製した。

【0033】

(実施例2)

$PbO \cdot 9CaO \cdot 1(FeO \cdot 5NbO \cdot 5)O \cdot 5TiO \cdot 5O_3$ の結晶を粉碎し、平均粒径が10μm以下の結晶粉末を得た。その後、この結晶粉末を実施例1と同様にプレス成形してから、空気中で1320℃、10時間の条件で熱処理し、焼結させることによって、結晶粒界に多数のマイクロクラックが形成された $PbO \cdot 9CaO \cdot 1(FeO \cdot 5NbO \cdot 5)O \cdot 5TiO \cdot 5O_3$ から成るセラミック焼結体を作製した。

【0034】

(実施例3)

まずβ-ユークリプタイトの結晶を粉碎することによって、平均粒径が10μ

m以下の結晶粉末を得た。次いでこの粉末と同じ平均粒径を有し、主成分がSiO₂、Al₂O₃、MgOからなり、加熱によってコーディエライトを析出するガラスの粉末を体積で35%混合したのち、実施例1と同様にプレス成形してから、空气中で1300℃で10時間の条件で熱処理し、焼結させることによって結晶粒界に多数のマイクロクラックが形成されたβ-ユークリプタイト固溶体を含む焼結体を作製した。

【0035】

(実施例4)

まずNbZr(PO₄)₃の結晶を粉砕することによって、平均粒径が10μm以下の結晶粉末を得た。次いでこの粉末と同じ平均粒径を有し、Al₂O₃粉末を10%混合した後、水を加えてスラリー状に混練後、幅4mm、厚み3mm、長さ40mmの角柱形状で、長手方向の上面中央に亘って、幅1mm、深さ1mmの溝が形成された石膏型に流し込んで乾燥脱型したのち、空气中で1350℃で5時間焼結させることによって、結晶粒界に多数のマイクロクラックが形成されたNbZr(PO₄)₃を含む焼結体を作製した。

【0036】

(実施例5)

まずβ-ユークリプタイトの結晶を粉砕することによって、平均粒径が10μm以下の結晶粉末を得た。次いでこの粉末と同じ平均粒径を有し、主成分がSiO₂、Al₂O₃、Li₂Oからなり、加熱によってβ-石英固溶体またはβ-スポジュウメン固溶体を析出するガラスの粉末を体積で35%混合したのち、実施例4と同様にキャスト成形してから、空气中で1300℃で2時間の条件で熱処理し、焼結させることによって、結晶粒界に多数のマイクロクラックが形成されたβ-ユークリプタイト固溶体の結晶を含む焼結体を作製した。

【0037】

(比較例1)

Li₂O:Al₂O₃:SiO₂のモル比が1:1:2であるようなガラス融液を鋳型に流した後、冷却することによって実施例1と同様の形状を有する成形体を作製し、次いで1300℃で16時間熱処理することで結晶相中に多数のマイク

ロクラックを含む β -ユークリプタイトから成る結晶化ガラス体を得た。

【0038】

(比較例2)

平均粒径が $10\mu\text{m}$ の SnO_2 粉末を実施例1と同様にプレス成形し、次いでこの粉末と同じ平均粒径を有し、主成分が SiO_2 、 Al_2O_3 、 Li_2O からなり、加熱によって β -石英固溶体または β -スポジウムメン固溶体を析出するガラスの粉末を体積で40%混合したのち 1400°C 、15時間の条件で熱処理し、焼結させることによって、セラミック焼結体を作製した。この焼結体は、内部に SnO_2 の結晶を含んでいたが、結晶相中にマイクロクラックは形成されていなかった。

【0039】

こうして作製した実施例と比較例のセラミック焼結体について、熱膨張係数と曲げ強度を測定し、その結果を表1に示した。

表から明らかなように、実施例の各セラミック焼結体は、 $-45 \sim -80 \times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ の負の熱膨張係数を有し、曲げ強度が 15MPa 以上と高く、しかも所望形状の溝が形成されており、特にFBGに使用する温度補償用部材として適していた。

【0040】

【表1】

	熱膨張係数 ($\times 10^{-7}/^\circ\text{C}$)	曲げ強度 (MPa)	成形性
実施例1	-80	15	良
実施例2	-45	20	良
実施例3	-66	30	良
実施例4	-51	25	良
実施例5	-78	30	良
比較例1	-80	20	不良
比較例2	+30	25	良

【0041】

一方、比較例 1 の結晶化ガラスは成型時に著しい失透を生じたため所望の形状に成形することができず、比較例 2 のセラミック焼結体は、熱膨張係数が正であるため、温度補償用部材としては使用できないものであった。

【0042】

尚、表中の熱膨張係数は、ディラトメーターによって $-40 \sim 100^{\circ}\text{C}$ の温度範囲における熱膨張係数を測定したものであり、曲げ強度は、各セラミック焼結体を $3\text{ mm} \times 4\text{ mm} \times 35\text{ mm}$ の板状に成形加工し、JIS R1601 に準拠して三点加重曲げ試験法によって測定したものである。また成形性は、図 1 に示す成形体を精度良く作製できた場合は良、精度良く作製できなかった場合は不良とした。さらに結晶相の同定は、X線回折によって調べ、また走査型電子顕微鏡を用いてマイクロクラックの有無を観察した。

【0043】

【発明の効果】

以上のように本発明の温度補償用部材は、負の熱膨張係数を有し、複雑な形状の部材であっても容易に、低コストで成形することが可能であり、FBGを始めとして、カプラ、導波路等の光通信デバイスの温度補償用部材として使用可能である。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明の温度補償用部材となるセラミック焼結体を示す斜視図である。

【図 2】

従来の FBG の反射波長の温度変化に対する変動を防止する装置を示す正面図である。

【図 3】

表面に FBG を固定した負の熱膨張係数を有するガラスセラミック基板を示す斜視図である。

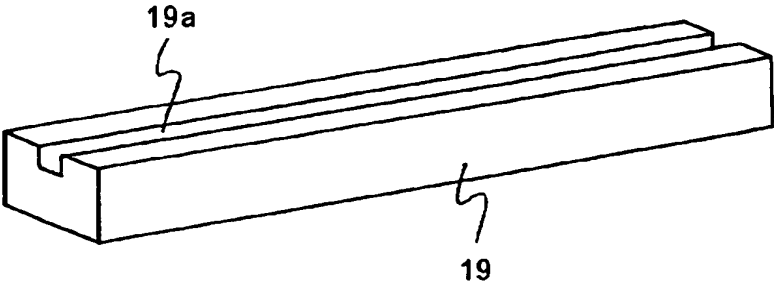
【符号の説明】

10 インバー棒

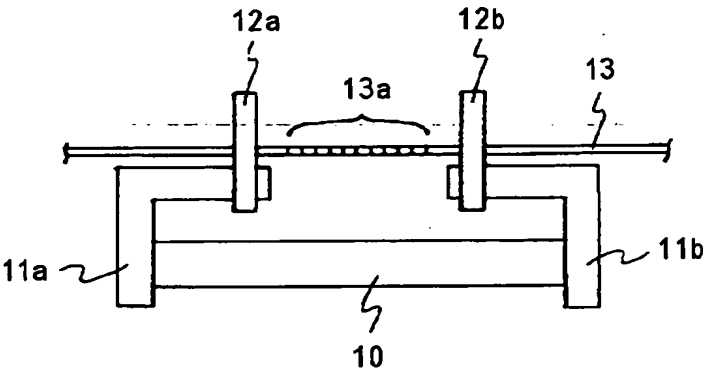
- 1 1 a、1 1 b A 1 ブラケット
 - 1 2 a、1 2 b 留め金
 - 1 3、1 5 光ファイバ
 - 1 3 a、1 6 グレーティング部
 - 1 4 負の熱膨張係数を有するガラスセラミック基板
 - 1 7 接着固定部
 - 1 8 錘
 - 1 9 成形体
 - 1 9 a 溝
-

【書類名】 図面

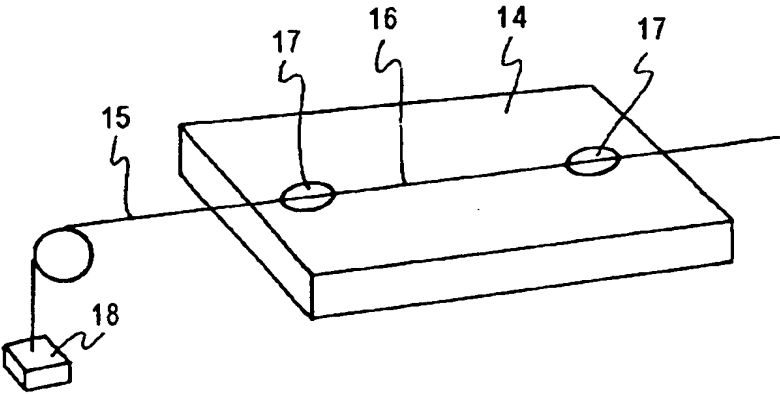
【図 1】



【図 2】



【図 3】



【書類名】 要約書

【要約】

【目的】 負の熱膨張係数を有し、複雑な形状でも成形可能であり、安価に製造可能な温度補償用部材と、それを用いた光通信デバイスを提供することを目的とする。

【構成】 結晶粉末の焼結体からなり、内部に熱膨張係数に異方性を示す結晶を含み、負の熱膨張係数を有することを特徴とする。

【選択図】 図 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000232243]

1. 変更年月日 1990年 8月18日
[変更理由] 新規登録
住 所 滋賀県大津市晴嵐2丁目7番1号
氏 名 日本電気硝子株式会社

THIS PAGE BLANK (USPTO)